



**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР**

РЕАКТИВЫ

КОБАЛЬТ ХЛОРИСТЫЙ 6-ВОДНЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 4525—77

Издание официальное

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР
Москва**

РАЗРАБОТАН ВНИИ химических реактивов и особо чистых химических веществ (ИРЕА) совместно с Шосткинским заводом химических реактивов

Зам. директора ИРЕА Г. В. Грязнов

Руководители темы: Т. Г. Манова, И. Л. Роттенберг

Исполнители: Л. Д. Комиссаренко, И. В. Жарова, Г. Д. Тарунтаева, Л. Д. Кидярова

Гл. инженер завода И. В. Галич

Руководитель темы: М. Б. Недув

Исполнители: В. А. Бойко, В. Н. Сологуб, А. А. Гришина

ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

Член Коллегии В. Ф. Ростунов

ПОДГОТОВЛЕН К УТВЕРЖДЕНИЮ Всесоюзным научно-исследовательским институтом стандартизации (ВНИИС)

Директор А. В. Гличев

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 19 декабря 1977 г. № 2929

Реактивы**КОБАЛЬТ ХЛОРИСТЫЙ 6-ВОДНЫЙ****Технические условия**

Reagents. Cobaltous chloride 6-aqueous Specifications

**ГОСТ
4525—77****Взамен
ГОСТ 4525—68**

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 19 декабря 1977 г. № 2929 срок действия установлен

с 01.01.1979 г.
до 01.01.1984 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на реактив — 6-водный хлористый кобальт, представляющий собой красно-фиолетовые кристаллы, легкорастворимые в воде и этиловом спирте.

Формула $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 237,93.

Стандарт соответствует рекомендации СЭВ РС 4275—73 в части препарата квалификации ч.д.а. и методов анализа за исключением норм по содержанию примесей натрия, калия и цинка, а также методики определения содержания примесей меди, цинка, магния и никеля.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. 6-водный хлористый кобальт должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям 6-водный хлористый кобальт должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Т а б л и ц а 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч. д. а.)	Чистый (ч.)
1. Массовая доля 6-водного хлористого кобальта ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), %, не менее	99,0	98,0
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,01	0,01
3. Массовая доля общего азота (N), %, не более	0,04	0,05
4. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,005	0,01
5. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005	0,002.
6. Массовая доля калия и натрия ($\text{K} + \text{Na}$), %, не более	0,015	0,05
7. Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,01	0,03
8. Массовая доля никеля (Ni), %, не более	0,05	0,15
9. Массовая доля магния (Mg), %, не более	0,001	0,005
10. Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,002	0,005
11. Массовая доля цинка (Zn), %, не более	0,005	0,02
12. pH 5%-ного раствора препарата	3—5	3—5

Примечание Препарату, содержащему не более 0,005% Ni, присваивается квалификация с добавлением «без никеля».

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 300 г.

3.2. Определение массовой доли 6-водного хлористого кобальта

Определение проводят по ГОСТ 10398—76. При этом около 3,5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в мерную колбу вместимостью 250 мл, растворяют в воде, объем раствора доводят водой до метки и перемешивают.

25 мл полученного раствора помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл и далее определение проводят комплексонометрическим методом.

Масса 6-водного хлористого кобальта, соответствующая 1 мл точно 0,05 М раствора трилона Б, равна 0,011896 г.

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. Реактивы, растворы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 25%-ный раствор.

Тигель фильтрующий по ГОСТ 9775—69, типа ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16.

3.3.2. Проведение анализа

25 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 400 мл, растворяют в 250 мл дистиллированной воды и прибавляют 2 мл раствора соляной кислоты. Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают раствор на кипящей бане в течение 1 ч. Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г.

Остаток на фильтре промывают 100 мл горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110°C до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после высушивания не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 2,5 мг,

для препарата чистый — 2,5 мг.

3.4. Определение массовой доли общего азота

Определение проводят по ГОСТ 10671.4—74. 1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в 50 мл воды, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

10 мл полученного раствора (соответствуют 0,1 г препарата) помещают в круглодонную колбу, прибавляют воду и далее определение проводят фотометрическим или визуально-колориметрическим методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса общего азота не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,04 мг,

для препарата чистый — 0,05 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли азота определение проводят фотометрическим методом.

3.5. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74. При этом навеску препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 50 мл, растворяют в 25 мл воды и далее определение проводят фототурбидиметрическим (из навес-

ки 0,5 г) или визуально-нефелометрическим (способ 1, из навески 1 г) методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса сульфатов не будет превышать:

для препарата чистый для анализа из навески 0,5 г—0,025 мг, из навески 1 г — 0,05 мг;

для препарата чистый из навески 0,5 г—0,050 мг, из навески 1 г—0,10 мг.

При визуально-нефелометрическом методе для приготовления растворов сравнения готовят раствор, не содержащий SO_4 .

Для этого 3 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 100 мл, растворяют в 60 мл воды, прибавляют 3 мл раствора соляной кислоты, нагревают до кипения, прибавляют 9 мл раствора хлористого бария и оставляют на 18—20 ч. Затем раствор фильтруют через плотный беззольный фильтр, тщательно промытый горячей водой. Для приготовления каждого раствора сравнения берут 24 мл фильтрата.

При разногласиях в оценке массовой доли сульфатов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

3.6. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555—75. При этом 2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 100 мл, растворяют в 20 мл воды и далее определение проводят сульфосалициловым методом с предварительным отделением железа в виде гидроокиси раствором аммиака в присутствии хлористого аммония.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса железа не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг,

для препарата чистый — 0,04 мг.

Одновременно в тех же условиях и с теми же количествами реактивов проводят контрольный опыт. При обнаружении примеси сульфатов в результат анализа вносят поправку.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа определение заканчивают фотометрически.

3.7. Определение содержания натрия, калия и кальция

3.7.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр на основе спектрографа типа ИСП-51 (с фотоэлектрической приставкой ФЭП-1) или монохроматора типа УМ-2.

Фотоумножители типов ФЭУ-38, ФЭУ-51.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457—75.

Воздух для питания приборов по ГОСТ 11882—73.

Горелка.

Распылитель.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, вторично перегнанная в кварцевом дистилляторе, или вода деминерализованная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х.ч.

Кобальт хлористый 6-водный по настоящему стандарту, дважды перекристаллизованный, проверенный на содержание натрия, калия и кальция по методу добавок (найденные содержания примесей учитываются при приготовлении растворов сравнения); 5%-ный раствор — раствор А.

Растворы, содержащие Na, K и Ca; готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением и смешением получают раствор, содержащий по 0,1 мг/мл Na, K и Ca — раствор Б.

Все растворы, а также воду, применяемую для их приготовления, следует хранить в полиэтиленовой или кварцевой посуде.

3.7.2. Подготовка к анализу

3.7.2.1. Приготовление анализируемого раствора

1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

3.7.2.2. Приготовление растворов сравнения

В пять мерных колб вместимостью 100 мл каждая помещают по 25 мл воды, по 20 мл раствора А (соответствуют 1 г 6-водного хлористого кобальта) и указанные в табл. 2 количества раствора Б. Затем объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора Б, мл	Введено в раствор сравнения каждого элемента (Na, K, Ca) в виде добавок, мг/100 мл	Массовая доля в растворе сравнения каждого элемента (Na, K, Ca) в пересчете на препарат, %
1	—	—	—
2	0,5	0,05	0,005
3	1	0,1	0,01
4	3	0,3	0,03
5	5	0,5	0,05

3.7.3. Проведение анализа

Для анализа берут не менее двух навесок препарата. Анализ проводят в ацетилено-воздушном пламени, используя аналитические линии, нм:

Na — 589,0—589,6,

K — 766,5,

Ca — 422,7.

После подготовки прибора к анализу проводят фотометрирование спектра анализируемых растворов и растворов сравнения в порядке возрастания содержания определяемых примесей.

Затем выбирают два раствора сравнения, концентрации определяемых элементов в одном из растворов сравнения должны быть меньше, а в другом — больше, чем в анализируемом растворе, и фотометрируют растворы, начиная с максимального значения, три раза в прямой и обратной последовательности, распыляя после каждого замера воду.

Вычисляют среднее арифметическое значение интенсивности излучения для каждого раствора.

3.7.4. Обработка результатов

Массовую долю определяемой примеси (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = C_1 + \left[\frac{(C_2 - C_1) \cdot (A - A_1)}{A_2 - A_1} \right] \cdot \frac{100}{1000 \cdot m},$$

где C_1 и C_2 — концентрация определяемого элемента в растворах сравнения, мг/100 мл ($C_2 > C_1$);

A — значение интенсивности излучения для анализируемого раствора;

A_1 и A_2 — значения интенсивности излучения для растворов сравнения;

m — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 20% относительно вычисляемой величины.

3.8. Определение массовой доли никеля, цинка, магния и меди

3.8.1. Приборы, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный типа СФПА, «Сатурн».

Лампы с полым катодом типа ЛСП-1 на магний, никель, медь. Лампа безэлектродная высокочастотная типа ВСБ-2 или ЛСП-1 на цинк, кадмий.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457—75.

Воздух для приборов по ГОСТ 11882—73.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, деминерализованная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., 8 н. раствор.

Растворы, содержащие Ni, Zn, Mg, Cu; готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением готовят раствор с концентрацией 0,05 мг/мл Zn; 0,04 мг/мл Cu; 0,01 мг/мл Mg и 0,4 мг/мл Ni — раствор А.

Раствор с концентрацией 0,1 мг/мл Ni; готовят соответствующим разбавлением основного раствора — раствор Б.

3.8.2. Подготовка к анализу

3.8.2.1. Приготовление анализируемых растворов

1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

3.8.2.2. Приготовление растворов сравнения

Для определения примесей методом растворов сравнения в мерные колбы вместимостью 100 мл каждая помещают по 20 мл воды и раствор А в количествах, указанных в табл. 3.

Объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 3

Номера растворов сравнения	Объем раствора А, мл	Введено в раствор сравнения в виде добавок, мг/100 мл				Массовая доля в растворе сравнения в пересчете на препарат, %			
		Ni	Zn	Mg	Cu	Ni	Zn	Mg	Cu
1	0,5	0,2	0,025	0,005	0,02	0,02	0,0025	0,0005	0,002
2	1	0,4	0,05	0,01	0,04	0,04	0,005	0,001	0,004
3	2	0,8	0,1	0,02	0,08	0,08	0,01	0,002	0,008
4	3	1,2	0,15	0,03	0,12	0,12	0,015	0,003	0,012
5	4	1,6	0,2	0,04	0,16	0,16	0,02	0,004	0,016
6	6	2,4	0,3	0,06	0,24	0,24	0,03	0,006	0,024

Для определения никеля методом добавок по норме 0,005% в мерные цилиндры вместимостью 10 мл каждый помещают по 1 г препарата, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, и объем раствора Б, указанный в табл. 4.

Таблица 4

Номера растворов сравнения	Объем раствора Б, мл	Введено никеля в раствор сравнения в виде добавок, мг/10 мл	Массовая доля никеля в растворе сравнения в пересчете на препарат, %
1	—	—	—
2	0,25	0,025	0,0025
3	0,5	0,05	0,005

Объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

3.8.3. Проведение анализа и обработка результатов

Для анализа берут не менее двух навесок препарата. Анализ проводят в ацетилено-воздушном пламени, используя аналитические линии, нм:

Zn — 213,9,
Mg — 285,2,
Ni — 232,0,
Cu — 324,7.

3.8.3.1. При определении примесей методом растворов сравнения распыляют последовательно в пламя растворы сравнения, в порядке возрастания концентрации определяемых элементов, и анализируемые растворы по 2—3 раза. После каждого измерения распыляют воду.

Затем вычисляют среднее арифметическое значение поглощения в процентах для каждого раствора (соответствующего оптической плотности (D_A)).

При определении цинка наблюдается неатомное поглощение аналитической линии, значение которого измеряют при распылении анализируемых растворов и использовании нерезонансной линии кадмия 214,4 нм, излучаемой лампой ВСБ — Zn, Cd.

Значение оптической плотности (D_A), соответствующее атомному поглощению, вычисляют по формуле

$$D_A = D_{A+N} - D_N,$$

где D_{A+N} — сумма оптических плотностей, соответствующих атомному и неатомному поглощению;

D_N — оптическая плотность, соответствующая неатомному поглощению линии.

По полученным значениям строят градуировочный график в координатах: оптическая плотность — концентрация определяемых примесей в пересчете на препарат.

С помощью графика по найденным значениям D_A для анализируемого раствора находят массовую долю примеси.

3.8.3.2. При определении никеля методом добавок растворы, приготовленные по п. 3.8.2.2 распыляют последовательно в пламя по 2—3 раза. Находят оптические плотности (D_A , D_{N_1} , D_{N_2}), где D_A — оптическая плотность для анализируемого раствора; D_{N_1} , D_{N_2} — оптические плотности для анализируемого раствора с добавками, соответствующие атомному поглощению.

Строят график зависимости оптической плотности от концентрации добавки в пересчете на препарат. Массовую долю никеля находят экстраполяцией графика до пересечения с осью абсцисс.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 12% относительно определяемой величины.

3.9. Определение рН 5%-ного раствора препарата

5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, растворяют в

95 мл дистиллированной воды, не содержащей углекислоты (готовят по ГОСТ 4517—75), и измеряют рН раствора на рН-метре со стеклянным электродом.

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—73.

Вид упаковки: Б-1, Б-3П, Б-5П, Б-6.

Группа фасовки: III, IV, V, VI.

4.2. Препарат перевозят всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

4.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель должен гарантировать соответствие 6-водного хлористого кобальта требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий хранения препарата, установленных стандартом.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — один год со дня изготовления. По истечении указанного срока хранения препарат перед использованием проверяют на соответствие требованиям настоящего стандарта.

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. 6-водный хлористый кобальт может вызывать ряд токсических явлений: потерю аппетита, рвоту, покраснение лица и конечностей, а также острый дерматит.

6.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (респираторы, защитные очки, резиновые перчатки), а также соблюдать правила личной гигиены; не допускать попадания препарата внутрь организма.

6.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

6.4. При проведении анализа препарата с использованием горючего газа следует соблюдать правила противопожарной безопасности.

Изменение № 1 ГОСТ 4525—77 Реактивы. Кобальт хлористый 6-водный. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.04.87 № 1313

Дата введения 01.10.87

Наименование стандарта на английском языке. Заменить слово «6-aqueous» на «6-aqueous».

Под наименованием стандарта проставить коды: ОКП 26 2222 0190, ОКП 26 3842 0250.

По всему тексту стандарта заменить единицы: мл на см³, мг/мл на мг/см³.

Вводная часть. Последний абзац исключить.

Пункт 1.2. Таблица 1. Головка. Наименование графы «Чистый для анализа (ч. д. а.)» дополнить кодом: ОКП 26 3842 0252 03; графы «Чистый (ч.)» кодом: ОКП 26 2222 0191 06;

графа «Наименование показателя». Пункт 12 изложить в новой редакции: «12. pH раствора препарата с массовой долей 5 %»;

графа «Чистый». Пункт 6. Заменить норму: 0,05 на 0,03;

примечание изложить в новой редакции: «Примечания:

1. Препарату с массовой долей никеля не более 0,005 % присваивают квалификацию: чистый (ч.) без никеля (ОКП 26 2222 0201 10) и чистый для анализа (ч. д. а.) без никеля (ОКП 26 3842 0262 01).

2. Показатели технического уровня, установленные настоящим стандартом для квалификации чистый и чистый без никеля, предусмотрены для высшей категории качества».

(Продолжение см. с. 208)

(Продолжение изменения к ГОСТ 4525—77)

Стандарт дополнить разделом — 2а (перед разд. 2):

«2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. 6-водный хлористый кобальт может вызывать токсические явления: потерю аппетита, рвоту, покраснение лица и конечностей, а также острый дерматит.

2а.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (респираторы, защитные очки, резиновые перчатки), а также соблюдать правила личной гигиены; не допускать попадания препарата внутрь организма.

2а.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

2а.4. При проведении анализа препарата с использованием горючего газа следует соблюдать правила противопожарной безопасности».

Пункт 3.1. Заменить значение: 300 г на 340 г.

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.1а: «3.1а. Общие указания по проведению анализа — ГОСТ 27025—86.

При выполнении операций взвешивания применяют лабораторные весы 2-го класса точности по ГОСТ 24104—80 с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг.

Допускается применение импортной лабораторной посуды и реактивов по качеству не ниже отечественных».

Пункт 3.2. Первый абзац. Заменить слова: «3,5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г» на «3,5000 г препарата»;

второй абзац. Заменить слова: «комплексометрическим методом» на «по ГОСТ 10398—76»;

третий абзац. Заменить слова: «1 мл точно 0,05 М раствора трилона Б» на «1 см³ раствора ди-На-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм³ (0,05 М)».

(Продолжение см. с. 209)

(Продолжение изменения к ГОСТ 4525—77)

Пункт 3 3 1 изложить в новой редакции:

«3 3 1 Реактивы, растворы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор с массовой долей соляной кислоты 25 %

Стакан В-1—400 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Тигель ТФ ПОР 10 или ТФ ПОР 16 по ГОСТ 25336—82.

Цилиндры 1—10 и 1—250 по ГОСТ 1770—74»

Пункт 3 3 2 Первый абзац Заменить слова «25 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 400 мл» на «25,00 г препарата помещают в стакан», «с погрешностью не более 0,0002 г» на «(результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака)»

Пункт 3 4 Первый абзац Заменить слова «1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «1,00 г препарата»,
второй абзац Заменить значение 0,1 на 0,10

Пункт 3 5 Первый абзац Исключить слова «взвешивают с погрешностью не более 0,01 г», заменить значения 0,5 г на 0,50 г, 1 г на 1,00 г,

третий, четвертый абзацы Заменить значения 0,5 г на 0,50 г, 1 г на 1,00 г,

шестой абзац изложить в новой редакции «Для этого 3,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, растворяют в 60 см³ воды, прибавляют 3 см³ раствора соляной кислоты, нагревают до кипения, прибавляют 9 см³ раствора хлористого бария и оставляют на 18—20 ч. Затем раствор фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», тщательно промытый горячей водой. Для приготовления каждого раствора сравнения берут 24 см³ фильтрата»

Пункт 3 6 Первый абзац Заменить слова «2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «2,00 г препарата»;

пятый абзац Заменить слово «сульфатов» на «железа»

Пункт 3 7 1 Первый абзац изложить в новой редакции: «Фотометр пламенный или спектрофотометр на основе спектрофотометра ИСП-51 с приставкой ФЭП-1 с соответствующим фотоумножителем или спектрофотометр «Сатурн»; допускается использование других приборов, обеспечивающих аналогичную чувствительность и точность»;

второй абзац исключить;

дополнить абзацами (после второго);

«Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770—74

Пипетки 6 (7)—2—5 и 2—2—20 по ГОСТ 20292—74

Цилиндр 1—25 по ГОСТ 1770—74»,

четвертый абзац изложить в новой редакции «Воздух сжатый для питания контрольно измерительных приборов»,

девятый абзац Заменить слова «5 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 5 %»

Пункт 3 7 2 1 до слова «растворяют» изложить в новой редакции «1,00 г препарата помещают в колбу»

Пункт 3 7 2 2 Первый абзац изложить в новой редакции «В пять колб помещают по 25 см³ воды, по 20 см³ раствора А (соответствуют 1 г 6 водного хлористого кобальта) и указанные в табл. 2 объемы раствора Б. Затем объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают»,

таблица 2 Головка Заменить слова «Введено в раствор сравнения каждого элемента (Na, K, Ca) в виде добавок, мг/100 мл» на «Масса каждого элемента (Na, K, Ca), введенная в 100 см³ раствора сравнения, мг»

Пункт 3 7 4 Формулу изложить в новой редакции:

$$X_1 = \left[Y + \frac{(Y_2 + Y_1)(A - A_1)}{A_2 - A_1} \right],$$

(Продолжение см. с. 210)

экспликация. Первый абзац изложить в новой редакции:

« Y_1 и Y_2 — массовая доля в растворе сравнения определяемого элемента в пересчете на препарат, % ($Y_2 > Y_1$)»;

исключить слова: « m — масса навески препарата, г»

последний абзац после слова «определений» изложить в новой редакции: «относительное значение расхождения между которыми не превышает значения допускаемого расхождения, равного ± 20 %, при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.8.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «Спектрофотометр атомно-абсорбционный, обеспечивающий чувствительность определения $Zn—0,04$ мкг/см³, $Mg—0,01$ мкг/см³, $Ni—0,05$ мкг/см³ и $Cu—0,05$ мкг/см³ на 1 % поглощения»;

дополнить абзацами (после третьего):

«Колба 2—100—2 и 2—25—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки 6(7)—2—10(5) и 4(5)—2—2(1) по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 2—10 и 1—25 по ГОСТ 1770—74»;

пятый абзац изложить в новой редакции: «Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов»;

седьмой абзац. Заменить слова: «8 н. раствор» на «раствор концентрации $c(HCl)=8$ моль/дм³ (8 н.)».

Пункт 3.8.2.1. Заменить слова: «1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г» на «При определении примесей методом растворов сравнения 1,00 г препарата»;

дополнить абзацем: «При определении никеля методом добавок по норме 0,005 % 2,50 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 25 см³, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают».

Пункт 3.8.2.2. Первый абзац. Заменить слова: «количествах» на «объемах»;

таблица 3 Головка. Заменить слова: «Введено в раствор сравнения в виде добавок, мг/100 мл» на «Масса добавок, введенная в 100 см³ раствора сравнения, мг»;

третий абзац изложить в новой редакции: «Для определения никеля методом добавок по норме 0,005 % в мерные колбы вместимостью 25 см³ каждая помещают по 2,50 г препарата и объем раствора Б, указанный в табл. 4»;

таблицу 4 изложить в новой редакции:

Таблица 4

Номер раствора сравнения	Объем раствора Б, см ³	Масса никеля, введенная в 25 см ³ раствора сравнения, мг	Массовая доля никеля в растворе сравнения в пересчете на препарат, %
1	—	—	—
2	0,5	0,05	0,002
3	1,25	0,125	0,005
4	2,5	0,250	0,010

Пункт 3.8.3.1. Предпоследний абзац. Заменить слово: «концентрация» на «массовая доля»; дополнить словами: «в процентах».

Пункт 3.8.3.2. Второй абзац. Заменить слова: «концентрации добавки в пересчете на препарат» на «массовой доли добавки в пересчете на препарат в процентах»;

третий абзац после слова «определений» изложить в новой редакции: «относительное значение расхождения между которыми не превышает значения допускаемого расхождения, равного ± 12 %, при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.9 изложить в новой редакции:

(Продолжение изменения к ГОСТ 4525—77)

«3.9. Определение pH раствора препарата с массовой долей 5 %

5,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, растворяют в 95 см³ дистиллированной воды, не содержащей углекислоты (готовят по ГОСТ 4517—75), и измеряют pH раствора на универсальном иономере ЭВ-74 или другом приборе с пределами допускаемой основной погрешности $\pm 0,05$ pH».

Пункт 4.1. Второй абзац изложить в новой редакции: «Вид и тип тары: 2—1, 2—2, 2—4, 2—9».

(Продолжение см с. 212)

{Продолжение изменения к ГОСТ 4525—77}

Пункт 5.1, 5.2 изложить в новой редакции: «5.1. Изготовитель гарантирует соответствие 6-водного хлористого кобальта требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — один год со дня изготовления».

Раздел 6 исключить.

(ИУС № 7 1987 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 4525—77 Реактивы. Кобальт хлористый 6-водный. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 26.12.91 № 2129

Дата введения 01.07.92

Наименование стандарта на английском языке изложить в новой редакции:
«Reagents. Cobalt chloride hexahydrate. Specifications».

Вводная часть. Первый абзац. Исключить слово: «реактив—»;

третий абзац перед словом «Молекулярная» дополнить словом: «Относительная»; заменить дату: 1971 на 1985;

дополнить абзацами. «Требования настоящего стандарта являются обязательными».

(Продолжение см. с. 176)

(Продолжение изменения к ГОСТ 4525—77)

Допускается изготовление 6-водного хлористого кобальта по ИСО 6353/3—87 (Р.55) (см. приложение 1) и проведение анализов по ИСО 6353/1—82 (см. приложение 2).

Пункт 1.2. Таблица 1. Примечание 2 исключить.

Пункт 2а.3. Заменить слово: «общей» на «постоянно действующей».

Пункт 3.1. Заменить значение: 340 на 200.

Пункт 3.1а. Второй, третий абзацы изложить в новой редакции: «При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200 г и ВЛКТ-500 г-М или ВЛЭ-200 г.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте».

(Продолжение см. с. 177)

Пункт 3.2 дополнить абзацами: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение равное 0,3 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,5$ % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.3.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72»;

дополнить абзацем (после первого): «Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор с массовой долей 25 %, готовят по ГОСТ 4517—87»;

последний абзац изложить в новой редакции: «Цилиндры 1—10—2 и 1(3)—250—2 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 3.3.2. Первый абзац. Заменить слово: «кипящей» на «водяной»; дополнить абзацем: «Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 20 % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.4. Второй абзац. Заменить слова: «в круглодонную колбу» на «в колбу прибора для отделения аммиака дистилляцией».

Пункт 3.6. Первый абзац до слова «растворяют» изложить в новой редакции «Определение проводят по ГОСТ 10555—75. При этом 2,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³»;

третий, четвертый абзацы. Заменить значения: 0,01 на 0,010; 0,04 на 0,040

Пункт 3.7. Заменить слово: «содержания» на «массовой доли».

Пункт 3.7.1. Третий абзац. Заменить обозначение: 6(7)—2—5 на 6—2—5;

четвертый абзац. Заменить обозначение: 1—25 на 1(3)—25;

предпоследний абзац. Заменить слова: «получают раствор, содержащий по 0,1 мг/мл» на «готовят раствор массовой концентрации 0,1 мг/см³».

Пункт 3.7.3 изложить в новой редакции:

«3.7.3 Проведение анализа

Для анализа берут не менее двух навесок препарата.

Сравнивают интенсивность излучения резонансных линий Na — 589,0—589,6 нм, K — 766,5 нм и Ca — 422,7 нм, возникающих в спектре пламени ацетилен-воздух, при введении в него растворов проб и растворов сравнения.

После подготовки прибора к анализу в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией по эксплуатации проводят фотометрирование воды, применяемой для приготовления растворов, а также анализируемых растворов и растворов сравнения в порядке возрастания массовой доли примеси натрия, кальция и калия.

Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности и вычисляют среднее арифметическое значение показаний, учитывая в качестве поправки отсчет, полученный при фотометрировании первого раствора сравнения

После каждого измерения распыляют воду.

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая значение интенсивности излучения на оси ординат, массовые доли примесей в пересчете на препарат в процентах — на оси абсцисс.

Массовую долю каждой примеси в препарате находят по градуировочному графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 10 % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.7.4 исключить.

Пункт 3.8.1. Пятый абзац. Заменить обозначение: 6(7)—2—10(5) на 6—2—10(5);

шестой абзац. Заменить обозначение: 1—25 на 1(3)—25;

десятый абзац. Заменить слова: «раствор концентрации» на «раствор молярной концентрации»;

одиннадцатый абзац. Заменить слова: «раствор концентрации» на «раствор массовой концентрации»;

последний абзац. Заменить слова: «концентрации» на «массовой концентрации».

Пункт 3.8 3.2. Предпоследний абзац. Заменить слово: «независимости» на «зависимости»;

последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20 %»;

дополнить абзацем: «Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 10\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.9. Первый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 4517—75 на ГОСТ 4517—87;

исключить слова: «или другом приборе с пределом допускаемой основной погрешности $\pm 0,05$ рН»;

дополнить абзацем. «Допускаемая суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,1$ рН при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 4.1. Третий абзац дополнить обозначением: VII.

Стандарт дополнить приложениями — 1, 2:

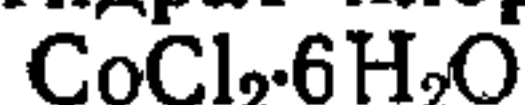
«ПРИЛОЖЕНИЕ I

Обязательное

ИСО 6353/3—87 «Реактивы для химического анализа.

Часть 3. Технические условия. Вторая серия»

Р 55. Шестиводный гидрат хлорида кобальта (II)



Относительная молекулярная масса: 237,93

Р 55.1. Технические требования

Массовая доля 6-водного хлористого кобальта ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), % , не менее	99
Массовая доля веществ, не растворимых в воде, %, не более	0,01
Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,01
Массовая доля веществ, не осаждаемых сульфидом аммония, %, не более	0,25
Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,001
Массовая доля никеля (Ni), %, не более	0,05
Массовая доля цинка (Zn), %, не более	0,002

Р.55.2. Проведение испытаний

Р.55.2.1. Определение массовой доли 6-водного хлористого кобальта

Около 1 г образца взвешивают с погрешностью не более 0,0001 г и растворяют в 300 см³ воды.

К полученному раствору прибавляют 4 г гидроксиламина гидрохлорида и 25 см³ раствора аммиака с массовой долей 25 %. Титруют при 80 °С раствором ди-Na-ЭДТА концентрации точно $c(\text{ди-Na-ЭДТА}) = 0,1$ моль/дм³, используя смесь метилтимолового синего до перехода окраски от синей к розовой.

1,00 см³ раствора ди-Na-ЭДТА концентрации $c(\text{ди-Na-ЭДТА}) = 0,100$ моль/дм³ соответствует 0,02379 г $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

Р.55.2.2. Определение массовой доли веществ, не растворимых в воде

10 г образца анализируют в соответствии с ОМ 1*.

Масса остатка не должна превышать 1 мг.

Р.55.2.3. Определение массовой доли сульфатов

* Общие методы анализа (ОМ) — по ИСО 6353/1—82.

(Продолжение изменения к ГОСТ 4525—77)

10 г образца растворяют в 100 см³ воды, фильтруют в стакан, прибавляют 1 см³ соляной кислоты и нагревают до кипения на водяной бане. Прибавляют 1,5 г 2-водного хлористого бария, накрывают стакан часовым стеклом и нагревают на водяной бане в течение 2 ч, а затем оставляют на 12 ч. Если выпадает осадок, его отфильтровывают, тщательно промывают и прокаливают при $(800 \pm 25)^\circ\text{C}$.

Масса осадка не должна превышать более, чем на 2,4 мг массу, полученную при проведении контрольного опыта.

Р.55.2.4 *Определение массовой доли веществ, не осаждаемых сульфидом аммония*

2 г образца растворяют в 20 см³ воды, прибавляют 1 г хлористого аммония и 5 см³ раствора аммиака с массовой долей 25 %, разбавляют водой до 90 см³; пропускают сероводород до полного осаждения кобальта. Разбавляют водой до 100 см³, хорошо перемешивают и фильтруют. 50 см³ прозрачного фильтрата упаривают почти досуха во взвешенной посуде. Охлаждают, добавляют 0,05 см³ серной кислоты, осторожно прокаливают до улетучивания избытка солей и кислот. В конце прокаливают при $(800 \pm 25)^\circ\text{C}$ в течение 15 мин.

Масса остатка не должна превышать 2,5 мг.

Р.55.2.5. *Определение массовой доли меди, никеля, и цинка*

Определение проводят в соответствии с ОМ 29* при следующих условиях:

Элемент	Концентрация раствора, %	Пламя	Резонансная линия, нм
Cu	5	Воздух-ацетилен	324,7
Ni	0,5		232,0
Zn	5		213,9

* Общие методы анализа (ОМ) — по ИСО 6353/1—82

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

ИСО 6353/1—82 «Реактивы для химического анализа
Часть 1. Общие методы испытаний (ОМ)»

5 1 Определение массовой доли веществ, не растворимых в воде (ОМ 1)
(Продолжение см. с. 180)

Указанную навеску испытуемого вещества растворяют насколько это возможно в подходящем объеме кипящей воды, охлаждают и фильтруют через стеклянный пористый фильтр № 40 (диаметр пор 16—40 мкм), предварительно высушенный в течение 1 ч при $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$, охлажденный в эксикаторе и взвешенный с точностью до 0,1 мг. Осадок промывают на фильтре водой, высушивают в течение 1 ч при $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$, охлаждают в эксикаторе и затем вновь взвешивают с точностью до 0,1 мг. Разность результатов взвешиваний дает массу остатка.

5.29. Атомно-абсорбционная спектроскопия (ОМ 29).

5.29.1 Общие указания

Испытуемый образец или его раствор всасывается в высокотемпературное пламя, создаваемое подходящей смесью горючего газа и газа, поддерживающего горение, обеспечивающее испарение испытуемого образца и диссоциацию его молекул на атомы. Может быть использован прибор с беспламенным нагревом. Источник излучения, представляющий собой электронную лампу с полым катодом или безэлектродную разрядную трубку, активируемую микроволновым излучением, продуцирует излучение с длиной волны, соответствующей энергии возбуждения атомов испытуемого вещества. Атомы определяемого элемента поглощают определенную долю этого излучения, пропорциональную их количеству в основном (невозбужденном) состоянии, и это поглощение регистрируется подходящим атомно-абсорбционным спектрометром.

5.29.2 Методика

Сущность метода, многообразие существующих приборов, обилие параметров, связанных с испытуемым образцом и с прибором, и множественность влияющих факторов не позволяют дать подробных инструкций.

Выбор методики определяется требуемой степенью точности. Следует принимать во внимание возможность возникновения помех от пламенных и беспламенных источников. Если прибор укомплектован пламенным источником нагрева, определение обычно проводят, используя водные растворы испытуемых веществ, слегка подкисленные азотной или соляной кислотой.

В целях учета эффектов раствора рекомендуется пользоваться методом добавок. Метод состоит в том, что определение осуществляют для серии (размер которой зависит от требуемой точности, но не меньше двух) аликвот испытуемого раствора, к которым добавлены известные количества определяемого вещества.

Длины волн, соответствующие резонансным линиям, и другая специальная информация, приводятся в описаниях, относящихся к определенному конкретному реактиву».

Редактор *А С Пшеничная*
Технический редактор *Л. Б. Семенова*
Корректор *Т М Фролова*

Сдано в набор 19 01.78 Подп. в печ 13.03.78 0,75 п. л 0,67 уч.-изд. л. Тир. 10000 Цена 5 коп

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов Москва, Д 557, Новопресненский пер
Калужская типография стандартов, ул Московская, 256 Зак 105